

УДК 661.8

В.В. Зык, Н.И. Воробьев
(УО БГТУ, г.Минск)**РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ КОНЦЕНТРАТА
РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ ИЗ ФОСФОГИПСА**

В Республике Беларусь на Гомельском химическом заводе переработка апатитового концентрата на фосфорную кислоту осуществляется сернокислотным методом, в связи с чем единственным сырьевым источником для получения редкоземельных элементов может служить только фосфогипс.

На основании лабораторных исследований была осуществлена переработка фосфогипса на концентрат РЗЭ в количестве 10 кг в укрупненном масштабе.

Обработку фосфогипса проводили при трехкратной противоточной обработке 20%-ным раствором азотной кислоты и трехкратной фильтрации при соотношении Ж:Т, равном 3. Расход реагентов на 10 кг влажного фосфогипса составлял: 20%-ная азотная кислота – 14 кг, вода на промывку – 3 кг. Обработку проводили при температуре 60°C в течение 30 мин; при этом степень извлечения РЗЭ в раствор составила 62%. Отмытый фосфогипс содержит до 0,1 мас.% F и 0,5 мас.% P₂O₅, что позволяет его использовать без дополнительной очистки в производстве вяжущих материалов, в т. ч. и в качестве медицинского гипса.

Образовавшийся азотнокислый раствор, содержащий (г/л): РЗЭ – 1,45; F – 2,5; P₂O₅ – 12,0, в количестве 14,4 кг, подвергался нейтрализации газообразным аммиаком до pH, равного 3,2. При этом степень осаждения РЗЭ составляла не менее 90 мас.%.

С увеличением степени нейтрализации до pH 8 степень осаждения РЗЭ возрастает до 98,0÷99,8 мас.%. В концентратах, полученных осаждением из растворов аммиаком и аммиачной водой, содержание основных компонентов для азотнокислых растворов находится в пределах (мас.% в пересчете на сухое): РЗЭ (в пересчете на Ce₂O₃) – 2,7÷7,5; P₂O₅ – 9,7÷13,3; CaO – 32,6÷35,3; SO₄²⁻ – 18,9÷25,9; F⁻ – 3,6÷3,8.

Растворение концентрата проводили при температуре 70°C в течение 30 мин; при этом степень извлечения РЗЭ в раствор составила 93 мас.%. Азотнокислый раствор, содержащий (г/л): РЗЭ – 3,96; P₂O₅ – 15,61; CaO – 18,23; SO₄²⁻ – 22,31; F – 2,15, подвергался экстракции диизооктилметилфосфонатом, насыщенным азотной кислотой до концентрации 120 г/л. Экстракцию проводили при соотношениях О:В=1:1 в пяти ступенях экстракционного каскада. Содержание РЗЭ в рафинате составляло 0,25 г/л, в органической фазе – 3,72 г/л.

Одним из основных определяющих параметров при технико-экономическом обосновании экстракционного процесса являются потери экстрагента. В кислых растворах растворимость экстрагентов в 10-15 раз ниже, чем в карбонатных. Поэтому наиболее приемлемым способом рекстракции является жидкофазная обработка экстрагента кислотой.

Насыщенную органическую фазу подвергали противоточной рекстракции 2N раствором азотной кислоты в 5-ступенчатом каскаде при соотношении О:В=5:1. Содержание $\Sigma P3Э$ в рекстракте составляло 1,85 г/л; остаточное содержание $P3Э$ в органической фазе составляло 0,18 г/л, степень перехода $P3Э$ в рекстракт – 95%.

Из рекстракта выделяли $P3Э$ в виде карбонатов осаждением карбонатом аммония, содержание $P3Э$ в котором составляло 95,1%. Полученный концентрат может служить исходным сырьем для выделения индивидуальных $P3Э$ по известным технологическим схемам.

Общая степень извлечения $P3Э$ из фосфогипса в готовый продукт составляет 54%. Потери экстрагента с использованием 50%-ного ДиОМФ составляют 13–16 г/кг готовых оксидов $P3Э$.

В таблице представлены показатели извлечения $P3Э$ из фосфогипса предложенным методом.

Таблица

Содержание компонентов в исходном сырье, промежуточном и конечном продукте

Компонент	Содержание, мас. %		
	в фосфогипсе	в первичном концентрате	в товарном концентрате
$P3Э$ (в пересчете на Se_2O_3)	0,61	3,79	95,1
P_2O_5	2,32	13,33	3,8
CaO	31,8	35,31	0,6
SO_3	44,6	21,64	0,01
F	0,42	3,76	0,13
$Fe_2O_3 + Al_2O_3$	0,75	1,68	менее 0,01
$K_2O + Na_2O$	0,12	0,25	менее 0,01

Таким образом, кислотная обработка фосфогипса с последующим экстракционным методом извлечения $P3Э$ 50%-ным ДиОМФ обеспечивает достаточно высокую степень очистки $P3Э$ от примесей.

Предложенная технология может быть реализована на предприятиях по производству ЭФК дигидратным методом из апатитового концентрата. В Республике Беларусь таким предприятием является Гомельский химический завод.